

Bibliographic Fields

Document Identity

(19)【発行国】	(19) [Publication Office]
日本国特許庁(JP)	Japan Patent Office (JP)
(12)【公報種別】	(12) [Kind of Document]
公開特許公報(A)	Unexamined Patent Publication (A)
(11)【公開番号】	(11) [Publication Number of Unexamined Application]
特開2001-79836(P2001-79836A)	Japan Unexamined Patent Publication 2001 - 79836 (P2001 - 79836A)
(43)【公開日】	(43) [Publication Date of Unexamined Application]
平成13年3月27日(2001. 3. 27)	Heisei 13 year March 27 day (2001.3 . 27)

Public Availability

(43)【公開日】	(43) [Publication Date of Unexamined Application]
平成13年3月27日(2001. 3. 27)	Heisei 13 year March 27 day (2001.3 . 27)

Technical

(54)【発明の名称】	(54) [Title of Invention]
ポリエステル製造方法	MANUFACTURING METHOD OF POLYESTER
(51)【国際特許分類第7版】	(51) [International Patent Classification, 7th Edition]
B29B 13/00	B29B 13/00
9/16	9/16
C08G 63/88	C08G 63/88
// B29K 71:00	//B29K 71:00
B29L 7:00	B29L 7:00
【FI】	[FI]
B29B 13/00	B29B 13/00
9/16	9/16
C08G 63/88	C08G 63/88
【請求項の数】	[Number of Claims]
9	9
【出願形態】	[Form of Application]
OL	OL
【全頁数】	[Number of Pages in Document]
9	9
【テーマコード(参考)】	[Theme Code (For Reference)]
4F2014J029	4 F2014J029

【Fターム(参考)】

4F201 AA24 AC01 AG01 AH55 BA02 BA04
BC01 BC12 BC19 BL43 BL47 BN22 BN45
BQ04 BQ05 BQ53 4J029 AA03 AB07 AC01
AE01 BA03 CB06A HA01 HB01 KH08

Filing

【審査請求】

未請求

(21)【出願番号】

特願平11-257902

(22)【出願日】

平成11年9月10日(1999. 9. 10)

Parties

Applicants

(71)【出願人】

【識別番号】

000003160

【氏名又は名称】

東洋紡績株式会社

【住所又は居所】

大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号

Inventors

(72)【発明者】

【氏名】

原田 光弘

【住所又は居所】

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合研究所内

(72)【発明者】

【氏名】

原 厚

【住所又は居所】

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合研究所内

(72)【発明者】

【氏名】

園田 博俊

[F Term (For Reference)]

4 F201 AA24 AC01 AG01 AH55 BA 02 BA 04 BC 01 BC 12
BC 19 BL43 BL47 BN22 BN45 BQ04 BQ05 BQ53 4J029
AA03 AB07 AC01 AE01 BA 03 CB06A HA01 HB01 KH08

[Request for Examination]

Unrequested

(21) [Application Number]

Japan Patent Application Hei 11 - 257902

(22) [Application Date]

1999 September 10 days (1999.9 . 10)

(71) [Applicant]

[Identification Number]

3,160

[Name]

TOYOBO CO. LTD. (DB 69-053-8160)

[Address]

Osaka Prefecture Osaka City Kita-ku Dojimahama 2-2-8

(72) [Inventor]

[Name]

Harada Mitsuhiro

[Address]

Inside of Shiga Prefecture Otsu City Katada 2-1-1 Toyobo
Co. Ltd. (DB 69-053-8160) Central Research Laboratory

(72) [Inventor]

[Name]

Field thick

[Address]

Inside of Shiga Prefecture Otsu City Katada 2-1-1 Toyobo
Co. Ltd. (DB 69-053-8160) Central Research Laboratory

(72) [Inventor]

[Name]

Sonoda Hirotooshi

【住所又は居所】

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合研究所内

(72)【発明者】

【氏名】

衛藤 嘉孝

【住所又は居所】

滋賀県滋賀郡志賀町高城248番の20

Abstract

(57)【要約】

【課題】

ポリエステルチップの水処理時の処理槽や配管の汚れを少なくし、ボトルの透明性や口栓部結晶化が良好で、成形時での金型汚れを発生させにくいポリエステルを提供すること。

【解決手段】

ポリエステルチップ及び処理水を処理槽に供給してポリエステルチップを水処理するポリエステルの製造方法において、処理槽から処理水と共に排出するポリエステルチップから該処理水を分離処理し、引き続き水洗処理を行ってポリエステルのファイン含量を 100ppm 以下に低下させることを特徴とする。

Claims

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

処理層中でポリエステルチップを水処理するポリエステルの製造方法において、処理槽から処理水と共に排出するポリエステルチップから該処理水を分離し引き続き水洗処理を行うか、又は該ポリエステルチップから該処理水を分離すると同時に水洗処理を行うことを特徴とするポリエステルの製造方法。

【請求項 2】

請求項 1 に記載のポリエステルの製造方法であって、処理槽から排出された処理水の少なくとも一部を処理槽に戻して繰り返し使用することを特徴とするポリエステルの製造方法。

【請求項 3】

請求項 1 に記載のポリエステルの製造方法であって、処理槽から排出された処理水を処理槽に戻さずに排出することを特徴とするポリエステル

[Address]

Inside of Shiga Prefecture Otsu City Katada 2-1-1 Toyobo Co. Ltd. (DB 69-053-8160) Central Research Laboratory

(72) [Inventor]

[Name]

Eto Yoshitaka

[Address]

Shiga Prefecture Shiga-gun Shiga-cho Takashiro 2 No.48 20

(57) [Abstract]

[Problems to be Solved by the Invention]

To decrease treatment tank at time of water treatment of polyester chip and the soiling of pipe, transparency and mouth part crystallization of bottle being satisfactory, generating mold fouling when forming, offer difficult polyester.

[Means to Solve the Problems]

Supplying polyester chip and treated water to treatment tank, from treatment tank with treated water separation it does said treated water from polyester chip which is discharged in manufacturing method of polyester which water treatment it does the polyester chip, does water washing continuously and it decreases to 100 ppm or less designates fine content of polyester as feature.

[Claim(s)]

[Claim 1]

When with treated water it separates said treated water from polyester chip which is discharged from treatment tank in manufacturing method of polyester which polyester chip water treatment is done in treated layer, continues and does water washing, or separates said treated water from said polyester chip manufacturing method. of polyester which does water washing simultaneously and makes feature

[Claim 2]

With manufacturing method of polyester which is stated in Claim 1, treated water which is discharged from treatment tank resetting part to treatment tank at least, manufacturing method. of polyester which repetitive use it does and makes feature

[Claim 3]

With manufacturing method of polyester which is stated in Claim 1, without resetting treated water which is discharged from treatment tank to treatment tank, it discharges,

の製造方法。

【請求項 4】

ポリエステルチップを、処理槽に継続的に、または間欠的に供給し、抜き出すことを特徴とする請求項 1、2、3 に記載のポリエステルの製造方法。

【請求項 5】

ポリエステルチップの全量を処理層に充填し、水処理終了後ポリエステルチップの全量を抜き出すことを特徴とした請求項 1、2、3 に記載のポリエステルの製造方法

【請求項 6】

処理槽からの処理水の排出および排出した処理水の処理槽への戻りが継続的、または間欠的であることを特徴とする請求項 2 に記載のポリエステルの製造方法。

【請求項 7】

水洗処理装置から排出されたファインを含有する洗浄水を、ベルトフィルター方式の濾過装置により濾過することによりファインを除去した後、処理槽に戻して繰り返し使用することを特徴とする請求項 1、2、3、4、5 又 6 記載のポリエステルの製造方法。

【請求項 8】

水洗処理装置から排出されたファインを含有する洗浄水を、バグフィルター方式の濾過装置により濾過することによりファインを除去した後、処理槽に戻して繰り返し使用することを特徴とする請求項 1、2、3、4、5 又は 6 記載のポリエステルの製造方法。

【請求項 9】

イオン交換水を水洗処理に用いることを特徴とする請求項 1、2、3、4、5、6、7 または 8 記載のポリエステルの製造方法。

Specification

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、ボトルをはじめとして、フィルム、シート成形用などに用いられるポリエステルの製造方法に関し、さらに詳しくは、成形品の透明性および結晶化コントロール性に優れ、成形時に金型汚れが発生しにくいポリエステルの製造方法に関する。

manufacturing method. of polyester which is made feature

[Claim 4]

manufacturing method. of polyester which is stated in Claim 1、 2、 3 where polyester chip, or intermittently it supplies to continual, to treatment tank, extracts and makes feature

[Claim 5]

manufacturing method of polyester which is stated in Claim 1、 2、 3 where total amount of polyester chip it is filled in treated layer, after water treatment ending extracts the total amount of polyester chip and makes feature

[Claim 6]

Return to treatment tank of treated water which it discharges and discharges and of treated water from treatment tank are continual、 or intermittent and manufacturing method. of polyester which is stated in Claim 2 which is made feature

[Claim 7]

After removing fine by filtering wash water which contains the fine which is discharged from water washing device, due to filtration apparatus of belt filter system, resetting to treatment tank, manufacturing method. of polyester which is stated in Claim 1、 2、 3、 4、 5 and 6 repetitive use it does and makes feature

[Claim 8]

After removing fine by filtering wash water which contains the fine which is discharged from water washing device, due to filtration apparatus of bag filter system, resetting to treatment tank, manufacturing method. of polyester which is stated in Claim 1、 2、 3、 4、 5 or 6 which repetitive use it does and makes feature

[Claim 9]

manufacturing method. of polyester which is stated in Claim 1、 2、 3、 4、 5、 6、 7 or 8 which uses the deionized water for water washing and makes feature

[Description of the Invention]

[0001]

[Technological Field of Invention]

As for this invention, it regards manufacturing method of polyester which is used for one for film、 sheet molding etc with bottle as beginning, furthermore details are superior in transparency and crystallization control characteristic of molded article, when forming regard manufacturing method of polyester which mold fouling is difficult to occur.

[0002]

【従来の技術】

ポリエチレンテレフタレートなどのポリエステルは、機械的性質及び化学的性質が共に優れているため、工業的価値が高く、繊維、フィルム、シート、ボトルなどとして広く使用されている。

[0003]

調味料、油、飲料、化粧品、洗剤などの容器の素材としては、充填内容物の種類およびその使用目的に応じて種々の樹脂が採用されている。

[0004]

これらのうちでポリエステルは機械的強度、耐熱性、透明性およびガスバリアー性に優れているので、特にジュース、清涼飲料、炭酸飲料などの飲料充填用容器の素材として最適である。

[0005]

このようなポリエステルは射出成形機械などの成形機に供給して中空成形体用プリフォームを成形し、このプリフォームを所定形状の金型に挿入し延伸ブロー成形した後ボトルの胴部を熱処理(ヒートセット)して中空成形容器に成形され、さらには必要に応じてボトルの口栓部を熱処理(口栓部結晶化)させるのが一般的である。

ところが、従来のポリエステルには、環状三量体などのオリゴマー類が含まれており、このオリゴマー類が金型内面や金型のガスの排気口、排気管に付着することによる金型汚れが発生しやすかった。

[0006]

また、ポリエステルは、副生物であるアセトアルデヒドを含有する。

ポリエステル中のアセトアルデヒド含量が多い場合には、これから成形された容器やその他包装等の材質中のアセトアルデヒド含量も多くなり、該容器等に充填された飲料等の風味や臭いに影響を及ぼす。

したがって、従来よりポリエステル中のアセトアルデヒド含量を低減させるために種々の方策が採られてきた。

[0007]

近年、ポリエチレンテレフタレートを中心とするポリエステル製容器は、ミネラルウオ-タやウ-ロン茶等の低フレ-バ-飲料用の容器として使用され

[0002]

[Prior Art]

As for polyethylene terephthalate or other polyester, because mechanical property and chemical property are superior together, industrial value is high, is used widely as fiber, film, sheet, bottle etc.

[0003]

As material of flavoring, oil, beverage, cosmetics, detergent or other container, various resin is adopted according to types and its use objective of fullness contents.

[0004]

Because among these polyester is superior in mechanical strength, heat resistance, transparency and gas barrier property, it is a optimum as material of container for especially juice, cooled beverage, carbonated beverage or other beverage filling.

[0005]

As for this kind of polyester supplying to injection molding machine or other molding machine, preform for the hollow molded article it forms, inserts this preform in mold of specified shape and the drawing blow molding after doing, thermal processing it does shank part of bottle and forms in (heat set) hollow molding container, furthermore thermal processing mouth part of the according to need bottle (mouth part crystallization) it is general to do.

However, annular trimer or other oligomers was included by conventional polyester, mold fouling was easy to occur by fact that this oligomers deposits in air outlet, exhaust pipe of gas of mold inside surface and mold.

[0006]

In addition, polyester contains acetaldehyde which is a by-product.

When acetaldehyde content in polyester is many, container which formed from now on and in addition also acetaldehyde content in packing or other material becomes many, beverage or other flavor which is filled in said container etc and is ill-smelling exerts influence.

Therefore, from until recently various measure was taken in order to decrease acetaldehyde content in polyester.

[0007]

Recently, polyester container which designates polyethylene terephthalate as center reached point where it is used as container for mineral water and oolong tea or other low flavor

るようになってきた。

このような飲料の場合は、一般にこれらの飲料を熱充填したりまたは充填後加熱して殺菌されるが、飲料容器のアセトアルデヒド含量の低減だけではこれらの内容物の風味や臭いが改善されないことがわかってきた。

【0008】

また、飲料用金属缶については、工程簡略化、衛生性、公害防止等の目的から、その内面にエチレンテレフタレートの主たる繰り返し単位とするポリエステルフィルムを被覆した金属板を利用して製缶する方法が採られるようになってきた。

この場合にも、内容物を充填後高温で加熱殺菌されるが、この際アセトアルデヒド含量の低いフィルムを使用しても内容物の風味や臭いが改善されないことが分かってきた。

このような問題点を解決する方法として、特開平 3-47830 号にはポリエチレンテレフタレートの水処理する方法が開示されている。

【0009】

しかし、水処理の段階において、ポリエステルチップに付着しているファイン(樹脂微粉末)が処理水に浮遊、沈殿し処理槽壁や配管壁に付着して、配管を詰まらせたり、処理槽や配管の洗浄を困難にさせる等の問題が生じた。

【0010】

また処理水に浮遊、沈殿し処理槽壁や配管壁に付着したファインがポリエステルチップに再度付着して、成形時での結晶化が促進され、透明性の悪いボトルとなり、また口栓部結晶化後の口栓部寸法が規格に合わなくなってキャッピング不良となる問題等が生じた。

【0011】

さらには、次の工程へポリエステルを供給するため水処理後に乾燥を行ってチップの含有水分を約 0.1 重量%以下にすることが必要であるが、乾燥工程に入る前のポリエステルチップの表面付着水分が多い場合には、乾燥処理等の工程においてポリエステルに結晶化促進効果が過度に付与されるため、得られたボトルの透明性が非常に悪くなる。

【0012】

beverage.

In case of this kind of beverage, generally hot filling doing or afterbeing filled heating these beverage and/or and/or sterilization it is done, but with just decrease of acetaldehyde content of beverage container flavor of these contents and is ill-smelling, but it is not improved you understood.

【0008】

In addition, it reached point where method which can manufacture is done is taken from process shortening, hygiene, pollution prevention or other objective, making use of metal sheet which covered polyester film which designates ethylene terephthalate as main repeat unit in inside surface concerning metal can for beverage.

In this case, contents after being filled heat sterilization is done with the high temperature, but in this case using film where acetaldehyde content is low, the flavor of contents and it is ill-smelling, but it is not improved you understood.

method which water treatment does polyethylene terephthalate to Japan Unexamined Patent Publication Hei 3-47830 number as the method which solves this kind of problem, is disclosed.

【0009】

But, or other problem where fine (resin fine powder) which has deposited in polyester chip in step of water treatment, to treated water floats, precipitates and deposits in treatment tank wall, and pipe wall can plug pipe, makes washing treatment tank and pipe difficult occurred.

【0010】

In addition to treated water it floated and precipitated and fine which deposits in treatment tank wall and pipe wall depositing for thesecond time in polyester chip, crystallization when forming was promoted, became bottle where transparency is bad, in addition mouth part dimension after the mouth part crystallization stopped being agreeable to standard and problem etc which becomes capping deficiency occurred.

【0011】

Furthermore, in order to supply polyester to following step, drying after water treatment, it designates contained water of chip as approximately 0.1 weight % or less, it is necessary, but when before entering into drying process, surface deposition moisture of polyester chip is many, because crystallization promotion effect is granted to polyester excessively in drying or other step, transparency of bottle which it acquires becomes very bad.

【0012】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、前記の従来技術の問題点を解決することにあり、ボトルの透明性や口栓部結晶化が良好で、成形時での金型汚れを発生させにくいポリエステルを提供することを目的としている。

【0013】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するため、本発明のポリエステルの製造方法は、処理層中でポリエステルチップを水処理するポリエステルの製造方法において、処理槽から処理水と共に排出するポリエステルチップから該処理水を分離し引き続き水洗処理を行うか、又は該ポリエステルチップから該処理水を分離すると同時に水洗処理を行うことを特徴とする。

ここで、ファインとは JIS-Z8801 による呼び寸法 36 メッシュの標準篩いを通過したポリエステルの微粉末を意味し、ファイン量は下記の測定法によって測定する。

【0014】

この場合において、ポリエステルチップを、処理槽に継続的に、または間欠的に供給することができる。

この場合において、水洗処理に使用された洗浄水の少なくとも一部を処理槽に戻して繰り返し使用することができる。

【0015】

この場合において、処理槽からの処理水の排出、分離処理装置からの処理水および水洗処理装置からの洗浄水の処理槽への戻りが継続的、または間欠的であることができる。

【0016】

この場合において、水洗処理装置から排出されたファインを含有する洗浄水を、ベルトフィルター方式の濾過装置により濾過することによりファインを除去した後、処理槽に戻して繰り返し使用することができる。

【0017】

この場合において、水洗処理装置から排出されたファインを含有する洗浄水を、バグフィルター方式の濾過装置により濾過することによりファインを除去した後、処理槽に戻して繰り返し使用することができる。

【0018】

[Problems to be Solved by the Invention]

As for this invention, there are times when problem of aforementioned Prior Art is solved, transparency and mouth part crystallization of bottle are satisfactory, generating mold fouling when forming, it offers the difficult polyester it has made objective.

[0013]

[Means to Solve the Problems]

In order to achieve above-mentioned objective, when manufacturing method of the polyester of this invention with treated water separates said treated water from polyester chip which is discharged from treatment tank in manufacturing method of polyester which the polyester chip water treatment is done in treated layer, continues and does water washing, or separates said treated water from said polyester chip water washing is done simultaneously, it makes feature.

Here, fine it calls with JIS-Z8801 and it means fine powder of the polyester which passes standard sieve of dimension 36 mesh, measures fine quantity with below-mentioned measurement method.

[0014]

In this case putting, polyester chip, or intermittently it can supply to the continual, to treatment tank.

In this case putting, wash water which is used for water washing resetting part to treatment tank at least, repetitive use it is possible.

[0015]

In this case putting, treated water from discharge and separation device of treated water from treatment tank and return to treatment tank of wash water from water washing device are continual, or intermittent, it is possible.

[0016]

In this case putting, after removing fine by filtering wash water which contains fine which is discharged from water washing device, due to filtration apparatus of belt filter system, resetting to treatment tank, repetitive use it is possible.

[0017]

In this case putting, after removing fine by filtering wash water which contains fine which is discharged from water washing device, due to filtration apparatus of bag filter system, resetting to treatment tank, repetitive use it is possible.

[0018]

この場合において、イオン交換水を水洗処理に用いることができる。

またこの場合において、ポリエステルが、極限粘度 0.55~1.30 デシリットル/グラムの主たる繰り返し単位がエチレンテレフタレートから構成されるポリエステルであることができる。

またこの場合において、ポリエステルが、主たる繰り返し単位がエチレンナフタレートから構成されるポリエステルであることができる。

【0019】

【発明の実施の形態】

本発明に用いられるポリエステルは、好ましくは、主として芳香族ジカルボン酸成分とグリコール成分とから得られる結晶性ポリエステルであり、さらに好ましくは、芳香族ジカルボン酸単位が酸成分の 85 モル%以上含むポリエステルであり、特に好ましくは、芳香族ジカルボン酸単位が酸成分の 95 モル%以上含むポリエステルである。

【0020】

本発明に用いられるポリエステルの構成する芳香族ジカルボン酸成分としては、テレフタル酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、ジフェニル-4,4'-ジカルボン酸、ジフェノキシエタンジカルボン酸等の芳香族ジカルボン酸及びその機能的誘導体等が挙げられる。

【0021】

また本発明に用いられるポリエステルの構成するグリコール成分としては、エチレングリコール、トリメチレングリコール、テトラメチレングリコール、シクロヘキサジメタノール等の脂環族グリコール等が挙げられる。

前記ポリエステル中に共重合して使用される酸成分としては、テレフタル酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、イソフタル酸、ジフェニル-4,4'-ジカルボン酸、ジフェノキシエタンジカルボン酸等の芳香族ジカルボン酸、p-オキシ安息香酸、オキシカブロン酸等のオキシ酸及びその機能的誘導体、アジピン酸、セバシン酸、コハク酸、グルタル酸、ダイマ-酸等の脂肪族ジカルボン酸及びその機能的誘導体、ヘキサヒドロテレフタル酸、ヘキサヒドロイソフタル酸、シクロヘキサジカルボン酸等の脂環族ジカルボン酸及びその機能的誘導体などが挙げられる。

【0022】

前記ポリエステル中に共重合して使用されるグリコール成分としては、エチレングリコール、トリメチ

In this case putting, you can use deionized water for water washing.

In addition in this case putting, polyester, is polyester where the main repeat unit of intrinsic viscosity 0.55~1.30 deciliter/gram is formed from ethylene terephthalate, it is possible.

In addition in this case putting, polyester, is polyester where the main repeat unit is formed from ethylene naphthalate, it is possible.

【0019】

[Embodiment of the Invention]

As for polyester which is used for this invention, with crystalline polyester which is acquired from aromatic dicarboxylic acid component and glycol component mainly preferably, furthermore preferably, aromatic dicarboxylic acid unit 85 mole % or more of acid component with polyester which is included, particularly preferably, aromatic dicarboxylic acid unit 95 mole % or more of acid component is polyester which is included.

【0020】

You can list terephthalic acid, 2,6-naphthalenedicarboxylic acid, diphenyl-4,4'-dicarboxylic acid, diphenoxy ethane dicarboxylic acid or other aromatic dicarboxylic acid and its functional derivative etc as aromatic dicarboxylic acid component which forms polyester which is used for this invention.

【0021】

In addition you can list ethyleneglycol, trimethylene glycol, tetramethylene glycol, cyclohexane dimethanol or other cycloaliphatic glycol etc as glycol component which forms the polyester which is used for this invention.

Copolymerizing in aforementioned polyester, you can list terephthalic acid, 2,6-naphthalenedicarboxylic acid, isophthalic acid, diphenyl-4,4'-dicarboxylic acid, diphenoxy ethane dicarboxylic acid or other aromatic dicarboxylic acid, p-hydroxybenzoic acid, hydroxycaproic acid or other oxyacid and its functional derivative, adipic acid, sebacic acid, succinic acid, glutaric acid, dimer acid or other aliphatic dicarboxylic acid and its functional derivative, hexahydroterephthalic acid, hexahydroisophthalic acid, cyclohexane dicarboxylic acid or other cycloaliphatic dicarboxylic acid and its functional derivative etc as the acid component which is used.

【0022】

Copolymerizing in aforementioned polyester, you can list ethyleneglycol, trimethylene glycol, tetramethylene

レングリコール、テトラメチレングリコール、ジエチレングリコール、ネオペンチルグリコール等の脂肪族グリコール、ビスフェノール A、ビスフェノール A のアルキレンオキサイド付加物等の芳香族グリコール、ポリエチレングリコール、ポリブチレングリコール等のポリアルキレングリコールなどが挙げられる。

【0023】

更にポリエステルが実質的に線状である範囲内で多官能化合物、例えばトリメリット酸、トリメシン酸、ピロメリット酸、トリカルバリル酸、グリセリン、ペンタエリスリトール、トリメチロルプロパン等を共重合してもよく、また単官能化合物、例えば安息香酸、ナフトエ酸等を共重合させてもよい。

【0024】

本発明に用いられるポリエステルの好ましい一例は、主たる繰返し単位がエチレンテレフタレートから構成されるポリエステルであり、さらに好ましくはエチレンテレフタレート単位を 85 モル%以上含む線状ポリエステルであり、特に好ましいのはエチレンテレフタレート単位を 95 モル%以上含む線状ポリエステル、即ち、ポリエチレンテレフタレート(以下、PET と略称)である。

【0025】

また本発明に用いられるポリエステルの好ましい他の一例は、主たる繰返し単位がエチレン-2, 6-ナフタレートから構成されるポリエステルであり、さらに好ましくはエチレン-2, 6-ナフタレート単位を 85 モル%以上含む線状ポリエステルであり、特に好ましいのは、エチレン-2, 6-ナフタレート単位を 95 モル%以上含む線状ポリエステル、即ち、ポリエチレンナフタレートである。

【0026】

上記のポリエステルは、従来公知の製造方法によって製造することが出来る。

即ち、PET の場合には、テレフタル酸とエチレングリコール及び必要により他の共重合成分を直接反応させて水を留去しエステル化した後、減圧下に重縮合を行う直接エステル化法、または、テレフタル酸ジメチルとエチレングリコール及び必要により他の共重合成分を反応させてメチルアルコールを留去しエステル交換させた後、減圧下に重縮合を行うエステル交換法により製造される。

更に極限粘度を増大させ、アセトアルデヒド含量等を低下させる為に固相重合を行ってもよい。

glycol, diethylene glycol and alkylene oxide adduct or other aromatic glycol, polyethylene glycol, polybutylene Glycol of neopentyl glycol or other aliphatic glycol, bisphenol A, bisphenol A - Lu or other polyalkylene glycol etc as the glycol component which is used.

【0023】

Furthermore it is possible to copolymerize polyfunctional compound, for example trimellitic acid, trimesic acid, pyromellitic acid, tri carbaryl acid, glycerine, pentaerythritol, trimethylolpropane etc inside the range where polyester is linear state substantially, in addition to copolymerize monofunctional chemical compound and for example benzoic acid, naphthoic acid etc is possible.

【0024】

As for one example where polyester being used for this invention is desirable, with polyester where main repeat unit is formed from the ethylene terephthalate, furthermore with linear polyester which preferably ethylene terephthalate unit 85 mole % or more is included, as for especially being desirable it is a linear polyester, namely polyethylene terephthalate (Below, PET and abbreviation) which ethylene terephthalate unit 95 mole % or more is included.

【0025】

In addition as for other one example where polyester which is used for this invention is desirable, with polyester where main repeat unit is formed from ethylene-2, 6-naphthalate, furthermore with linear polyester which preferably ethylene-2, 6-naphthalate unit 85 mole % or more is included, as for especially being desirable, it is a linear polyester, namely a polyethylene naphthalate which ethylene-2, 6-naphthalate unit 95 mole % or more are included.

【0026】

Produces above-mentioned polyester, is possible with manufacturing method of prior public knowledge.

Namely, in case of PET, other copolymer component reacting directly with terephthalic acid, and ethyleneglycol and necessity to remove water and the other copolymer component reacting esterification after doing, with direct esterification, or the dimethyl terephthalate and ethyleneglycol and necessity to do condensation polymerization under vacuum to remove methyl alcohol, after ester exchange, It is produced by transesterification method which does condensation polymerization under vacuum.

Furthermore increasing intrinsic viscosity, acetaldehyde content etc it is possible to do solid phase polymerization in

い。

【0027】

前記熔融重縮合反応は、回分式反応装置で行っても良いしまた連続式反応装置で行っても良い。

これらいずれの方式においても、熔融重縮合反応は 1 段階で行っても良いし、また多段階に分けて行っても良い。

固相重合反応は、熔融重縮合反応と同様、回分式装置や連続式装置で行うことが出来る。

熔融重縮合と固相重合は連続で行っても良いし、分割して行ってもよい。

【0028】

直接エステル化法による場合は、重縮合触媒として Ge、Sb、Ti の化合物が用いられるが、特に Ge 化合物またはこれと Ti 化合物の混合使用が好都合である。

【0029】

Ge 化合物としては、無定形二酸化ゲルマニウム、結晶性二酸化ゲルマニウム粉末またはエチレングリコールのスラリー、結晶性二酸化ゲルマニウムを水に加熱溶解した溶液またはこれにエチレングリコールを添加加熱処理した溶液等が使用されるが、特に本発明で用いるポリエステルを得るには二酸化ゲルマニウムを水に加熱溶解した溶液、またはこれにエチレングリコールを添加加熱した溶液を使用するのが好ましい。

これらの重縮合触媒はエステル化工程中に添加することができる。

Ge 化合物を使用する場合、その使用量はポリエステル樹脂中の Ge 残存量として 10~150ppm、好ましくは 13~100ppm、更に好ましくは 15~70ppm である。

【0030】

Ti 化合物としては、テトラエチルチタネート、テトライソプロピルチタネート、テトラ-n-プロピルチタネート、テトラ-n-ブチルチタネート等のテトラアルキルチタネートおよびそれらの部分加水分解物、蓚酸チタニル、蓚酸チタニルアンモニウム、蓚酸チタニルナトリウム、蓚酸チタニルカリウム、蓚酸チタニルカルシウム、蓚酸チタニルストロンチウム等の蓚酸チタニル化合物、トリメリット酸チタン、硫酸チタン、塩化チタン等が挙げられる。

order to decrease.

【0027】

Stripe which it is good doing with batch equipment it is with continuous reaction device it is good doing aforementioned melt condensation polymerization reaction.

And it is good regarding these whichever system doing melt condensation polymerization reaction with single step and, in addition dividing into multiple steps, it is good doing.

Similarity to melt condensation polymerization reaction, it does solid phase polymerization reaction, with batch equipment or continuous equipment, it is possible.

melt condensation polymerization and solid phase polymerization are good doing with continuation and, dividing, it is possible to do.

【0028】

With direct esterification when, it can use compound of Ge, Sb, Ti, as condensation catalyst, but especially Ge compound or this and mixed use of Ti compound is the conducive.

【0029】

As Ge compound, slurry, crystalline germanium dioxide of amorphous germanium dioxide, crystalline germanium dioxide powder or ethyleneglycol solution which the thermal decomposition is done or solution etc which ethyleneglycol addition heat treatment is done is used for water in this, but to obtain polyester which is used with especially this invention, germanium dioxide in water solution, which thermal decomposition is done or it is desirable in this to use solution which it adds heats ethyleneglycol.

It can add these condensation catalyst in esterification step.

When Ge compound is used, amount used 10 - 150 ppm, preferably 13~100 ppm, furthermore is the preferably 15~70 ppm as Ge residual amount in polyester resin.

【0030】

As Ti compound, you can list tetraethyl titanate, tetraisopropyl titanate, tetra-n-propyl titanate, tetra-n-butyl titanate or other tetraalkyl titanate and those partially hydrolyzed product, oxalic acid titanyl, oxalic acid titanyl ammonium, oxalic acid titanyl sodium, oxalic acid titanyl potassium, oxalic acid titanyl calcium, oxalic acid titanyl strontium or other oxalic acid titanyl compound, titanium trimellitate, titanium sulfate, titanium chloride etc.

Ti 化合物は、生成ポリマ-中の Ti 残存量として 0.1~10ppm の範囲になるように添加する。

【0031】

Sb 化合物としては、三酸化アンチモン、酢酸アンチモン、酒石酸アンチモン、酒石酸アンチモンカリ、オキシ塩化アンチモン、アンチモングリコレート、五酸化アンチモン、トリフェニルアンチモン等が挙げられる。

Sb 化合物は、生成ポリマ-中の Sb 残存量として 50~250ppm の範囲になるように添加する。

【0032】

また、安定剤として、燐酸、ポリ燐酸やトリメチルフォスフェート等の燐酸エステル類等を使用するのが好ましい。

これらの安定剤はテレフタル酸とエチレングリコールのスラリー調合槽からエステル化反応工程中に添加することができる。

P 化合物は、生成ポリマ-中の P 残存量として 5~100ppm の範囲になるように添加する。

【0033】

また、ポリエステルに共重合されたジエチレングリコール含量を制御するためにエステル化工程に塩基性化合物、たとえば、トリエチルアミン、トリ-n-ブチルアミン等の第 3 級アミン、水酸化テトラエチルアンモニウム等の第 4 級アンモニウム塩等を加えることができる。

【0034】

本発明に用いられるポリエステル、特に、主たる繰返し単位がエチレンテレフタレートから構成されるポリエステルの極限粘度は 0.50~1.30 デシリットル/グラム、好ましくは 0.55~1.20 デシリットル/グラム、さらに好ましくは 0.60~0.90 デシリットル/グラムの範囲である。

極限粘度が 0.50 デシリットル/グラム未満では、得られた成形体等の機械的特性が悪い。

また、1.30 デシリットル/グラムを越える場合は、成型機等による熔融時に樹脂温度が高くなって熱分解が激しくなり、保香性に影響を及ぼす遊離の低分子量化合物が増加したり、成形体が黄色に着色する等の問題が起こる。

【0035】

また本発明に用いられるポリエステル、特に、主たる繰返し単位がエチレン-2, 6-フタレートから構成されるポリエステルの極限粘度は

In order to become range of 0.1 - 10 ppm as Ti residual amount in produced polymer, it adds Ti compound.

【0031】

As Sb compound, you can list antimony trioxide, antimony acetate, antimony tartrate, potassium antimony tartrate, antimony oxychloride, antimony glycolate, antimony pentoxide, triphenyl antimony etc.

In order to become range of 50 - 250 ppm as Sb residual amount in produced polymer, it adds Sb compound.

【0032】

In addition, it is desirable to use phosphoric acid, poly phosphoric acid and trimethyl phosphate or other phosphate ester etc as the stabilizer.

From slurry blending tank of terephthalic acid and ethyleneglycol it can add these stabilizer in esterification reaction process.

In order to become range of 5 - 100 ppm as P residual amount in produced polymer, it adds P compound.

【0033】

In addition, diethylene Glyco which is copolymerized in polyester - the basic compound, for example triethylamine, tri- n- butylamine or other tertiary amine, tetraethyl ammonium hydroxide or other quaternary ammonium salt etc is added to esterification step in order to control Lu content, it is possible.

【0034】

polyester, which is used for this invention especially, intrinsic viscosity of the polyester where main repeat unit is formed from ethylene terephthalate 0.50 - 1.30 deciliter/gram, preferably 0.55~1.20 deciliter/gram, furthermore is range of preferably 0.60~0.90 deciliter/gram.

intrinsic viscosity under 0.50 deciliter/gram, molded article or other mechanical property which is acquired is bad.

In addition, when it exceeds 1.30 deciliter/gram, resin temperature becoming high when melting, with such as molding machine thermal decomposition becomes extreme, free low molecular weight compound which exerts influence on fragrance retention increases, or other problem which molded article colors to yellow happens.

【0035】

In addition polyester, which is used for this invention especially, the intrinsic viscosity of polyester where main repeat unit is formed from ethylene-2, 6-phthalate 0.40- 1.00

0.40~1.00 デシリットル/グラム、好ましくは 0.42~0.95 デシリットル/グラム、さらに好ましくは 0.45~0.90 デシリットル/グラムの範囲である。

極限粘度が 0.40 デシリットル/グラム未満では、得られた成形体等の機械的特性が悪い。

また、1.00 デシリットル/グラムを越える場合は、成型機等による溶融時に樹脂温度が高くなって熱分解が激しくなり、保香性に影響を及ぼす遊離の低分子量化合物が増加したり、成形体が黄色に着色する等の問題が起こる。

[0036]

ポリエステルチップの形状は、シリンダ-型、角型、または扁平な板状等の何れでもよく、その大きさは、縦、横、高さがそれぞれ通常 1.6~3.5mm、好ましくは 1.8~3.5mm の範囲である。

例えばシリンダ-型の場合は、長さは 1.8~3.5mm、径は 1.8~3.5mm 程度であるのが実用的である。

また、チップの重量は 15~30mg/個の範囲が実用的である。

[0037]

また、本発明に用いられるポリエステルのアセトアルデヒド含量は 10ppm 以下、好ましくは 8ppm 以下、更に好ましくは 5ppm 以下、ホルムアルデヒド含量は 7ppm 以下、好ましくは 6ppm 以下、更に好ましくは 4ppm 以下である。

本発明で用いられるポリエステルのアセトアルデヒド含有量を 10ppm 以下、またホルムアルデヒド含有量を 7ppm 以下にする方法は特に限定されるものではないが、例えば低分子量のポリエステルを減圧下または不活性ガス雰囲気下において 170~230 deg C の温度で固相重合する方法を挙げることが出来る。

[0038]

また、本発明に用いられるポリエステルに共重合されたジエチレングリコール量は該ポリエステルを構成するグリコール成分の 1.0~5.0 モル%、好ましくは 1.3~4.5 モル%、更に好ましくは 1.5~4.0 モル%である。

ジエチレングリコール量が 5.0 モル%を越える場合は、熱安定性が悪くなり、成型時に分子量低下が大きくなったり、またアセトアルデヒド含量やホルムアルデヒド含量の増加量が大きくなり好ましくない。

deciliter/gram、preferably 0.42~0.95 deciliter/gram、furthermore is range of preferably 0.45~0.90 deciliter/gram.

intrinsic viscosity under 0.40 deciliter/gram, molded article or other mechanical property which is acquired is bad.

In addition, when it exceeds 1.00 deciliter/gram, resin temperature becoming high when melting, with such as molding machine thermal decomposition becomes extreme, free low molecular weight compound which exerts influence on fragrance retention increases, or other problem which molded article colors to yellow happens.

[0036]

shape of chip of polyester, cylinder type, is good angular type、 or flat platelet or other whichever, as for size, machine direction and transverse direction、 height is range of each one usually 1.6 - 3.5 mm、 preferably 1.8~3.5 mm.

In case of for example cylinder type, as for length as for 1.8 - 3.5 mm、 diameters fact that they are 1.8 - 3.5 mm extent is practical.

In addition, weight of chip 15 - 30 mg/ range is practical.

[0037]

In addition, as for acetaldehyde content of polyester which is used for this invention 10 ppm or less、 preferably 8 ppm or less、 furthermore as for preferably 5 ppm or less、 formaldehyde content 7 ppm or less、 preferably 6 ppm or less、 furthermore it is a preferably 4 ppm or less.

acetaldehyde content of polyester which is used with this invention 10 ppm or less、 and the method which designates formaldehyde content as 7 ppm or less are not something which especially is limited. method which solid phase polymerization is done can be listed with temperature of 170-230 deg C polyester of for example low-molecular-weight in under vacuum or under the inert gas atmosphere.

[0038]

In addition, diethylene glycol quantity which is copolymerized in the polyester which is used for this invention 1.0 - 5.0 mole %、 preferably 1.3~4.5 mole %、 of glycol component which forms said polyester furthermore is preferably 1.5~4.0 mole %.

When diethylene glycol quantity exceeds 5.0 mole %、 thermal stability becomes bad, molecular weight decrease becomes large at time of molding, in addition the increased weight of acetaldehyde content and formaldehyde content becomes with large and is not desirable.

またジエチレングリコール含量が 1.0 モル%未満の場合は、得られた成形体の透明性が悪くなる。

【0039】

また、本発明に用いられるポリエステル製の環状三量体の含有量は 0.50 重量%以下、好ましくは 0.45 重量%以下、さらに好ましくは 0.40 重量%以下である。

本発明のポリエステルから耐熱性の中空成形体等を成形する場合は加熱金型内で熱処理を行うが、環状三量体の含有量が 0.50 重量%以上含有する場合には、加熱金型表面へのオリゴマー付着が急激に増加し、得られた中空成形体等の透明性が非常に悪化する。

【0040】

ポリエステルは、環状三量体などのオリゴマー類が成形時に金型内面や金型のガスの排気口、排気管等に付着することによる金型汚れ等を防止するために、前記の溶融重合または固相重合の後に水との接触処理を行なう。

水との接触処理の方法としては、水中に浸ける方法が挙げられる。

水との接触処理を行う時間としては 5 分~2 日間、好ましくは 10 分~1 日間、さらに好ましくは 30 分~10 時間であり、水の温度としては 20~180 deg C、好ましくは 40~150 deg C、さらに好ましくは 50~120 deg C である。

【0041】

処理槽から排出される処理水には、処理槽にポリエステルのチップを受け入れる段階で既にポリエステルのチップに付着しているファインや、水処理時にポリエステルのチップ同士あるいは処理槽壁との摩擦で発生するポリエステルのファインが含まれている。

従って、処理槽から排出した処理水を再度処理槽へ戻して再利用すると、処理槽内の処理水に含まれるファイン量は次第に増えていく。

そのため、処理水中に含まれているファインが処理槽壁や配管壁に付着して、配管を詰まらせることがある。

また処理水中に含まれているファインが再びポリエステルのチップに付着し、この後、水分を乾燥除去する段階でポリエステルのチップにファインが静電効果により付着するため、ポリエステ

In addition when diethylene Glyco - Lu content is under 1.0 mole %,transparency of molded article which is acquired becomes bad.

[0039]

In addition, content of cyclic trimer of polyester which is used for the this invention 0.50 weight % or less、 preferably 0.45 weight % or less、 furthermore is preferably 0.40 weight % or less.

When hollow molded article etc of heat resistance it forms from polyester of this invention,thermal processing is done inside heating mold, but when content of cyclic trimer 0.50 weight % or more it contains, oligomer deposit to heating mold surface increasessuddenly, hollow molded article or other transparency which is acquired deteriorates very.

[0040]

polyester, in order to prevent mold fouling etc by fact that the annular trimer or other oligomers when forming deposits in mold inside surface and air outlet、 exhaust pipe etc of the gas of mold, does contact process of water in aforementioned melt condensation polymerization or after solid phase polymerization.

As method of contact process of water, dampen ける you can listto underwater method.

As time when contact process of water is done 5 min~2 day、 preferably 10 min~1 day、 furthermorewith preferably 3 0 min~10 hours , 20 - 180 deg C、 preferably 40~150 deg C、 furthermore it is a preferably 50~120 deg C as temperature of water.

[0041]

chip of polyester or fine of polyester which occurs infriction with treatment tank wall is included in treated water which is discharged from treatment tank, at time of fine and water treatment which with step which accepts chip of polyester to treatment tank have already deposited in chip of polyester.

Therefore, resetting treated water which is discharged from treatment tank to treatment tank for second time, when it reuses, fine quantitywhich is included in treated water inside treatment tank increases gradually.

Because of that, fine which is included in treated water depositingin treatment tank wall and pipe wall, it plugs pipe, る is.

In addition fine which is included in treated water deposits again in chip of polyester, in order after this, with step which itdries removes moisture fine to deposit in chip of polyester with electrostatic effect, fine content of polyester becomes

ルのファイン含量が非常に多くなる。

したがって、乾燥工程の前にファインを出来るだけ除去しておくことが重要である。

【0042】

ポリエステル製造工程において発生するファインには結晶化促進効果があるが、水処理工程を経たポリエステルチップから前記のような工程で発生したファインの結晶化促進効果は非常に高いことが判明した。

このようなファインによりポリエステルの結晶性が促進されて、得られたボトルの透明性は悪くなり、またボトル口栓部結晶化時の結晶化度が過大となって口栓部の寸法が規格に入らなくなり、そのため口栓部のキャッピング不良、したがって内容物の漏れの原因になる。

【0043】

本発明は、水処理終了後にポリエステルチップから処理水を分離し引き続き水洗処理を行うか、又は該ポリエステルチップから該処理水を分離すると同時に水洗処理を行うものである。

この方法によりポリエステルチップのファイン量を好ましくは 100ppm 以下、より好ましくは 50ppm 以下、さらに好ましくは 20ppm 以下に低下させることによって上記の問題点を解決するものである。

ポリエステルチップのファイン量が 100ppm を越える場合には、ポリエステルの結晶性が促進されて、透明性の悪いボトルとなったり、また口栓部結晶化時の結晶化度が過大となり、口栓部の寸法が規格に入らなくなり口栓部のキャッピング不良となることがある。

【0044】

水洗処理の方法としては、例えば連続式金網製ベルト上に水処理槽よりポリエステルチップを排出させ、処理水を十分に分離した後、又は分離すると同時に該チップ上よりイオン交換水をスプレーする方法、処理水を分離したポリエステルチップをイオン交換水を満たした槽中に設置した連続式金網製ベルト上に送り、イオン交換水をチップと向流方向に流して洗浄する方法等が挙げられる。

【0045】

水処理方法が連続的に、又はバッチ的のいずれの場合であっても、処理槽から排出した処理水のすべて、あるいは殆どを工業排水としてし

very many.

Therefore, fine is removed as much as possible before drying process, it is important.

【0042】

There is a crystallization promotion effect in fine which occurs in polyester production process, but aforementioned way as for crystallization promotion effect of fine which occurs with step extremely high it was ascertained from the polyester chip which passes water treatment process.

crystalline of polyester being promoted by this kind of fine, as for transparency of bottle which is acquired badly or, in addition the degree of crystallization at time of bottle mouth part crystallization becoming excessive, dimension of the mouth part entering standard or, because of that capping deficiency, of mouth part therefore it becomes cause of a leak of contents.

【0043】

When this invention separates treated water from polyester chip after water treatment ending and continues and does water washing, or separates said treated water from the said polyester chip it is something which does water washing simultaneously.

fine quantity of polyester chip preferably 100 ppm or less, more preferably 50 ppm or less, furthermore it is something which solves above-mentioned problem it decreases with in preferably 20 ppm or less with this method.

When fine quantity of polyester chip exceeds 100 ppm, crystalline of polyester being promoted, it becomes bottle where transparency is bad, in addition degree of crystallization at time of mouth part crystallization becomes excessive, the dimension of mouth part stops entering to standard, capping deficiency of mouth part becomes is.

【0044】

As method of water washing, on for example continuous system metal screen belt discharging polyester chip from the water treatment tank, after separating treated water into fully, that or it separates, simultaneously from on said chip method spray of doing deionized water. You send polyester chip which separates treated water on continuous system metal screen belt which is installed in tank which fills up deionized water, deionized water chip and let flow to countercurrent direction and method etc which is washed you can list.

【0045】

water treatment method in continuous, or with whichever of batchwise, when the treated water which is discharged from treatment tank entirely, or majority is designated as industry

まうと、新しい水が多量に入用であるばかりでなく、排水量増大による環境への影響が懸念される。

即ち、処理槽から排出した処理水および水洗処理後の洗浄水の少なくとも一部を、水処理槽へ戻して再利用することにより、必要な水量を低減し、また排水量増大による環境への影響を低減することが出来、さらには水処理槽へ返される排水がある程度温度を保持していれば、処理水の加熱量も小さく出来る。

【0046】

さらには、処理水を再利用することにより、水処理槽中に流す処理水の流量を上げることができ、その結果、処理槽中の水の品質が不均一になることを防げるため、効率よく水処理を行うことが出来、品質の安定した樹脂が得られる。

【0047】

以下に水処理を工業的に行なう方法を例示するが、これに限定するものではない。

また処理方法は連続方式、バッチ方式のいずれであっても差し支えないが、工業的に行なうためには連続方式の方が好ましい。

【0048】

ポリエステルチップをバッチ方式で水処理をする場合は、サイロタイプの処理槽が挙げられる。

すなわち、バッチ方式でポリエステルのチップをサイロへ受け入れ水処理を行なう。

あるいは回転筒型の処理槽にポリエステルのチップを受け入れ、回転させながら水処理を行ない水との接触をさらに効率的にすることもできる。

【0049】

この場合、ポリエステルチップを処理槽内に投入、充填すると共に処理水を満たし、処理水は必要により継続的又は断続的(総称して連続的ということがある)に循環し、また、継続的又は断続的に一部の処理水を排出して新しい処理水を追加供給して水処理する。

そして、水処理終了後処理槽から排出したポリエステルチップから処理水を分離し、引き続きイオン交換水により水洗処理を行うか、又は該ポリエステルチップから該処理水を分離すると同

wastewater, new water in large amount not only it is unnecessary, influence to environment feels concern with waste water increase .

Namely, wash water after treated water and water washing which are discharged from treatment tank resetting part, to water treatment tank at least, it decreases necessary water amount by reusing, in addition decreases the influence to environment with waste water increase it to be possible, if furthermore is returned wastewater which has kept certain extent temperature to the water treatment tank, It can make also amount of heating of treated water small.

[0046]

Furthermore, flow of treated water which is let flow in water treatment tank by reusing treated water, is increased, because it is possible, as a result, quality of water in treatment tank becomes the nonuniform and can prevent, water treatment is done efficiently, it is possible, resin which quality stabilizes is acquired.

[0047]

method which below does water treatment in industrially is illustrated, but it is not something which is limited in this.

In addition processing method does not become inconvenient with whichever of continuous method、batch system. In order to do in industrially, continuous method is more desirable.

[0048]

When water treatment is done with batch system, treatment tank of silo type can list polyester chip.

chip of polyester is accepted to silo with namely, batch system and the water treatment is done.

Or while accepting chip of polyester to treatment tank of rotating cylinder type, turning it does water treatment and it is possible also furthermore to designate contact with water as efficient.

[0049]

In this case, as polyester chip inside treatment tank it throws and is filled, treated water is filled up, treated water circulates to continual or discontinuous (generic doing, you call continuous, is.) in accordance with necessary, in addition, discharging treated water of part in continual, or discontinuous adding supplying new treated water, the water treatment does.

When and, it separates treated water from polyester chip which is discharged from water treatment end post-treatment tank, it does water washing with deionized water continuously, or separates said treated water from said

時に水洗処理を行ってポリエステルファインの含量を好ましくは 100ppm 以下に低下させることによって上記の問題点を解決する。

【0050】

ポリエステルのチップを連続的に水処理する場合は、塔型の処理槽に継続、あるいは断続的にポリエステルのチップを上部より受け入れ、並流又は向流で水を連続供給して水処理させることができる。

そして、水処理終了後処理槽から排出するポリエステルチップから処理水を分離し、引き続きイオン交換水により水洗処理を行うか、又は該ポリエステルチップから該処理水を分離すると同時に水洗処理を行ってポリエステルのファイン含量を好ましくは 100ppm 以下に低下させることによって上記の問題点を解決する。

【0051】

また本発明に使用される水洗処理用水としてイオン交換水が使用できるが、Na 含量が 0.002~1.0ppm、Ca 含量および Mg 含量が 0.005~0.5ppm および Si 含量が 0.025~1.5ppm の範囲のイオン交換水が好適である。

また、水洗処理用水の温度は、約 5 deg C から約 80 ないし 90 deg C の範囲が好都合である。

【0052】

また本発明において、ポリエステルチップの連続式水処理法の場合は処理槽からポリエステルチップと共に排水する処理水の微粉量を 1000ppm 以下、好ましくは 500ppm 以下、さらに好ましくは 300ppm 以下に維持しながら処理槽から排出される処理水の一部を処理槽に戻して繰り返し使用するのが望ましい。

またバッチ式水処理法の場合は、水処理の終了時点での水中の微粉量は 1000ppm 以下、好ましくは 500ppm 以下、さらに好ましくは 300ppm 以下にするように処理槽から排出された処理水の少なくとも一部を処理槽に戻して繰り返し使用する。

ここで、微粉量は下記の測定法によって求めたものである。

【0053】

処理槽内の処理水の微粉量の増加を抑えるために、処理槽から排出した処理水が再び処理槽に返されるまでの工程で少なくとも 1 ヶ所以上にファインを除去する装置を設置する。

polyester chip doing water washing simultaneously, fine content of polyester it solves above-mentioned problem in preferably 100 ppm or less it decreases with .

【0050】

When water treatment it does chip of polyester in continuous, in the treatment tank of column type it accepts chip of polyester to continuation or discontinuous from upper part, continuous feed does water with laminar flow and or countercurrent water treatment is possible.

When and, it separates treated water from polyester chip which is discharged from water treatment end post-treatment tank, it does water washing with deionized water continuously, or separates said treated water from said polyester chip doing water washing simultaneously, fine content of polyester it solves above-mentioned problem in preferably 100 ppm or less it decreases with .

【0051】

In addition you can use deionized water as water washing service water which is used for this invention, but, Na content 0.002 - 1.0 ppm, Ca content and Mg content 0.005 - 0.5 ppm and Si content deionized water of range of 0.025 - 1.5 ppm are ideal.

In addition, as for temperature of water washing service water, range of approximately 80 to 90 deg C is conducive from approximately 5 deg C.

【0052】

It is desirable in addition regarding to this invention, in case of the continuous system water treatment method of polyester chip while from treatment tank with polyester chip 1000 ppm or less, preferably 500 ppm or less, furthermore maintaining powder amount of treated water which wastewater it does in preferably 300 ppm or less, resetting portion of treated water which is discharged from treatment tank to treatment tank, repetitive use to do.

In addition in case of batch type water treatment method, in order 1000 ppm or less, preferably 500 ppm or less, furthermore to make preferably 300 ppm or less, treated water which is discharged from treatment tank resetting part to treatment tank at least, repetitive use it does underwater powder amount with finish time of water treatment.

Here, powder amount is something which was sought with below-mentioned measurement method .

【0053】

Until in order to hold down increase of powder amount of treated water inside treatment tank, treated water which is discharged from treatment tank is returned to treatment tank again, equipment which with step at least removes fine 1

にファインを除去する装置を設置する。

ファインを除去する装置としてはフィルター濾過装置、膜濾過装置、沈殿槽、遠心分離器、泡沫同伴処理機等が挙げられる。

例えばフィルター濾過装置であれば、方式としてベルトフィルター方式、バグフィルター方式、カートリッジフィルター方式、遠心濾過方式等の濾過装置が挙げられる。

中でも連続的に行うにはベルトフィルター方式、遠心濾過方式、バグフィルター方式の濾過装置が適している。

またベルトフィルター方式の濾過装置であれば濾材としては、紙、金属、布等が挙げられる。

またファインの除去と処理水の流れを効率良く行なうため、フィルターの目のサイズは 5~100 μm 、好ましくは 10~70 μm 、さらに好ましくは 15~40 μm がよい。

【0054】

ポリエステルチップを工業的に水処理する場合、処理に用いる水が大量であることから天然水(工業用水)や排水を再利用して使用することが多い。

通常この天然水は、河川水、地下水などから採取したもので、水(液体)の形状を変えないまま、殺菌、異物除去等の処理をしたものを言う。

また、一般に工業的に用いられる天然水には、自然界由来の、ケイ酸塩、アルミノケイ酸塩等の粘土鉱物を代表とする無機粒子や細菌、バクテリア等や、腐敗した植物、動物に起源を有する有機粒子を多く含有している。

これらの天然水を用いて水処理を行うと、ポリエステルチップに粒子が付着、浸透して結晶核となり、このようなポリエステルチップを用いた中空成形容器の透明性が非常に悪くなる。

【0055】

したがって、ポリエステルチップを水処理するために系外から導入する水として、粒径 1~25 μm の粒子を 10~50000 個/10cc 含む水を利用することが必要である。

処理水中の粒径 25 μm を越える粒子は、特に規定するものではないが、好ましくは 2000 個/10cc 以下、より好ましくは 500 個/10cc 以下、さらに好ましくは 100 個/10cc、特に好ましくは 10

places or more is installed.

You can list filtration device, membrane filtration device and precipitation tank, centrifuge, foam associated processor etc as equipment which removes fine.

If it is a for example filtration device, you can list belt filter system, bag filter system, cartridge filter system, centrifugal filtration system or other filtration apparatus as the system.

Even among them to do in continuous, belt filter system, centrifugal filtration system, filtration apparatus of the bag filter system is suitable.

In addition if it is a filtration apparatus of belt filter system, you can list paper, metal, fabric etc as filter material.

In addition in order to flow removal of fine and treated water efficiently, size of eye of filter 5 - 100; μm , preferably 10~70 ; μm , furthermore preferably 15~40 ; μm is good.

【0054】

When water treatment it does polyester chip in industrially, reusing natural water (industrial water)and wastewater from fact that water which is used for treatment is large scale, uses is many.

Usually this natural water being something which recovers from river water, underground water etc, means that it does way and sterilization, foreign matter removal or other treatment which do not change the shape of water (liquid).

In addition, inorganic particle and bacterium, bacteria etc which make, silicate, aluminosilicate or other clay mineral of natural world derivation typical and, organic particle which possesses origin in plant, animal which spoilage is done is contained mainly in natural water which is used for industrially generally.

When water treatment is done making use of these natural water, in polyester chip the particle depositing and permeating it becomes crystal nucleus, transparency of the hollow molding container which uses this kind of polyester chip becomes very bad.

【0055】

Therefore, as water which from outside the system is introduced in order water treatment to do polyester chip, particle of particle diameter 1~25 ; μm 10 - 50000/ 10 cc water which is included is utilized is necessary.

particle which exceeds particle diameter 25 ; μm in treated water is not something which especially is stipulated. preferably 2000 / 10 cc or less, more preferably 500 / 10 cc or less, furthermore preferably 100 / 10 cc, particularly

個/10cc 以下である。

【0056】

なお、処理水中の粒径 $1\mu\text{m}$ 未満の粒子に関しては、本発明で特に規定するものではないが、透明な樹脂や適正な結晶化速度の樹脂を得るためには、少ない方が好ましい。

粒径 $1\mu\text{m}$ 未満の粒子数としては好ましくは 100000 個/10cc 以下、より好ましくは 50000 個/10cc 以下、さらに好ましくは 20000 個/10cc 以下、特に好ましくは 10000 個/10cc 以下である。

$1\mu\text{m}$ 以下の粒子を水中から除去、コントロールする方法としてはセラミック膜、有機膜等の膜を用いた精密濾過法や限外濾過法、等を用いることができる。

以下に水処理に用いる、粒径 $1\sim 25\mu\text{m}$ の粒子を $10\sim 50000$ 個/10cc 含む水を得る方法を例示する。

水中の粒子数を 50000 個/10cc 以下にする方法としては、工業用水等の自然水を処理槽に供給するまでの工程の少なくとも 1ヶ所以上に粒子を除去する装置を設置する。

好ましくは自然界の水の採取口から、前記した処理槽、処理槽から排水した水を再度処理槽に戻す配管、ファイン除去装置等、水処理に必要な付帯設備を含めた処理装置に至るまでの間に粒子を除去する装置を設置し、処理装置に供給する水中の、粒径 $1\sim 25\mu\text{m}$ の粒子の含有量を $10\sim 50000$ 個/10cc にすることが好ましい。

処理槽内の処理水の粒子を除去する装置としては前記の水中のファイン除去装置を使用することができる。

【0057】

また天然水には、Na、Mg、Ca 等の金属イオンを大量に含んでいる場合があり、このような天然水を用いて水処理を行うと、これらがポリエステルチップに付着、浸透して結晶化促進剤として作用し、このようなポリエステルチップを用いた中空成形容器の透明性が非常に悪くなる。

【0058】

したがって、天然水を水処理に使用する場合、イオン交換装置等によって Na 含量が $0.002\sim 1.0\text{ppm}$ 、Ca 含量および Mg 含量が

preferably 10 /they are 10 cc or less.

【0056】

Furthermore, it is not something which especially is stipulated with this invention in regard to particle under particle diameter $1\mu\text{m}$ in the treated water. In order to obtain resin of transparent resin and proper crystallization rate, less one is desirable.

preferably 100000 / 10 cc or less、more preferably 50000 / 10 cc or less、furthermore preferably 20000 / 10 cc or less、particularly preferably 10000 /they are 10 cc or less as number of particles under particle diameter $1\mu\text{m}$.

precision filtration method and ultrafiltration method、etc which use ceramic membrane、organic film or other film as method which particle of $1\mu\text{m}$ or less it removes from underwater and controls can be used.

It uses for water treatment below, particle of particle diameter $1\sim 25\mu\text{m}$ 10 -50000 / 10 cc method which obtains water which is included is illustrated.

Until industrial water or other natural water is supplied to treatment tank as method which designates underwater number of particles as 50000 / 10 cc or less, equipment which removes particle at least 1 places or more of step is installed.

From recovery mouth of water of preferably natural world, before from the treatment tank、treatment tank which was inscribed, until treatment apparatus which such as pipe、fine removal apparatus which for second time resets water which wastewater is done to treatment tank includes attached facility which is necessary for water treatment the equipment which removes particle between is installed, particle content of the underwater, particle diameter $1\sim 25\mu\text{m}$ which is supplied to treatment apparatus is designated as 10 - 50000 / 10 cc, it is desirable .

Aforementioned underwater fine removal apparatus can be used as equipment which removes particle of treated water inside treatment tank.

【0057】

In addition when, there are times when Na、Mg、Ca or other metal ion is included in the large scale in natural water , they do water treatment making use of this kind of natural water, these in polyester chip depositing and permeating, it operates as crystallization promotor, transparency of hollow molding container which uses this kind of polyester chip becomes very bad.

【0058】

Therefore, when natural water is used for water treatment, Na content $0.002 - 1.0\text{ppm}$ 、Ca content and Mg content $0.005 - 0.5\text{ppm}$ and Si content putting in range of $0.025 - 1.5$

0.005~0.5ppm および Si 含量が 0.025~1.5ppm の範囲にしておくのが好都合である。

【0059】

水処理したポリエステルチップは振動篩機、シモンカーターなどの水切り装置で水分離処理し、水洗工程へ移送する。

当然のことながら水分処理装置及び水洗装置でポリエステルチップと分離された水はフィルタ式濾過装置、遠心分離器等のファイン除去の装置へ送られ、再度水処理に用いることができる。

【0060】

ポリエステルチップの乾燥は通常用いられるポリエステルチップの乾燥処理を用いることができる。

連続的に乾燥する方法としては上部よりポリエステルチップを供給し、下部より乾燥ガスを通気するホッパー型の通気乾燥機が通常使用される。

乾燥ガス量を減らし、効率的に乾燥する方法としては回転ディスク型加熱方式の連続乾燥機が選ばれ、少量の乾燥ガスを通気しながら、回転ディスクや外部ジャケットに加熱蒸気、加熱媒体などを供給した粒状ポリエステルチップを間接的に乾燥することができる。

【0061】

バッチ方式で乾燥する乾燥機としてはダブルコーン型回転乾燥機が用いられ、真空中であるいは真空中少量の乾燥ガスを通気しながら乾燥することができる。

あるいは大気圧下で乾燥ガスを通気しながら乾燥してもよい。

乾燥ガスとしては大気空気でも差し支えないが、ポリエステルの加水分解や熱酸化分解による分子量低下を防止する点からは乾燥窒素、除湿空気が好ましい。

【0062】

【実施例】

以下本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

なお、本明細書中における主な特性値の測定法を以下に説明する。

【0063】

ppm is conducive with ion exchange device etc.

[0059]

water separation it treats polyester chip which water treatment is done with vibrating sieve、Simon cutter or other water cutting apparatus, transports to water wash step.

obvious thing water which polyester chip is separated is sent to the equipment of filter type filtration apparatus、centrifuge or other fine removal with moisture treatment apparatus , and water washing apparatus can use for water treatment for second time.

[0060]

As for drying polyester chip drying of polyester chip which usually, is used can be used.

polyester chip is supplied from upper part as method which is dried in continuous, gas permeation is done gas permeation dryer of hopper type which is usually used dry gas from bottom.

To decrease dry gas amount, continuous dryer of rotating disk type heating system being chosen while as method which is dried in efficient, gas permeation doing dry gas of trace, it can dry granular polyester tip/chip which supplies rotating disk and heated vapor、heated medium etc to outside jacket in indirect.

[0061]

It can use double cone rotating dryer as dryer which is dried with batch system, while or gas permeation doing dry gas of trace under vacuum under the vacuum, it can dry.

Or while gas permeation doing dry gas under atmospheric pressure, it is possible today.

It does not become inconvenient even with atmospheric air as dry gas. dry nitrogen、dry air is desirable from point which prevents molecular weight decrease with hydrolysis and thermooxidative decomposition of polyester.

[0062]

[Working Example(s)]

Below this invention is explained concretely with Working Example , but this invention is not something which is limited in these Working Example.

Furthermore, measurement method of main property value in in this specification is explained below.

[0063]

(1) ポリエステルの極限粘度(IV)

1,1,2,2-テトラクロロエタン/フェノール(2:3 重量比)混合溶媒中 30 deg C での溶液粘度から求めた。

【0064】

(2) 密度

四塩化炭素/n-ヘプタン混合溶媒の密度勾配管で 25 deg C で測定した。

【0065】

(3) ポリエステルの環状 3 量体の含量

試料をヘキサフルオロイソプロパノール/クロロフォルム混合液に溶解し、さらにクロロフォルムを加えて希釈する。

これにメタノールを加えてポリマを沈殿させた後、濾過する。

濾液を蒸発乾固し、ジメチルフォルムアミドで定容とし、液体クロマトグラフ法よりエチレンテレフタレート単位から構成される環状 3 量体を定量した。

【0066】

(4) ファインの含量測定

JIS-Z8801 による 36 メッシュの標準篩を用い、1000kg のサンプルを篩に分け、篩を通過したファインの量を秤量し含量を求める。

【0067】

(5) ヘイズ(霞度%)

中空成形容器の胴部(肉厚約 4mm)より試料を切り取り、東洋製作所製ヘイズメータで測定。

【0068】

(6) 処理水中の微粉量(ppm)

処理槽の処理水中の排出口から JIS-Z8801 の呼び寸法 850 μ m のふるいを通過した処理水を 1000cc 採取し、岩城硝子社製 1G1 ガラスフィルターで濾過後、100 deg C で 2 時間乾燥し室温下で冷却後、重量を測定して算出する。

【0069】

(実施例 1)

ISP 社製の GAF フィルターバッグ PE-1P2S(ポリエステルフェルト、濾過精度 1 μ m)である水中の

intrinsic viscosity of (1) polyester (IV)

1, 1, 2 and 2 -tetrachloroethane/phenol it sought from solution viscosity with 30 deg C in (2: 3 weight ratio) mixed solvent.

[0064]

(2) density

With density gradient tube of carbon tetrachloride/n-heptane mixed solvent it measured with 25 deg C.

[0065]

content of cyclic trimer of (3) polyester

It melts sample in hexafluoroisopropanol/chloroform mixed solution, it dilutes furthermore including the chloroform.

polymer after precipitating, is filtered in this including the methanol.

evaporating and drying to solid it did filtrate, made constant volume with dimethyl formamide, quantification it did cyclic trimer which is formed from ethylene terephthalate unit from the liquid chromatography method.

[0066]

content measurement of (4) fine

sample of 1000 kg quantity of fine which passes the sieve classification, sieve measured weight is done with JIS-Z8801 making use of standard sieve of 36 mesh, and content is sought.

[0067]

(5) haze (haze%)

shank part of hollow molding container (thickness approximately 4 mm) from it cuts off sample, measures with Toyo Seisakusho make haze meter.

[0068]

powder amount in (6) treated water (ppm)

treated water which passes sieve of calling dimension 850 μ m of the JIS-Z8801 from outlet in treated water of treatment tank 1000 cc it recovers, with Iwaki Glass supplied 1G1 glass filter after filtering, 2 hours dries with 100 deg C and aftercooling, measures weight under room temperature and calculates.

[0069]

(Working Example 1)

inlet of deionized water which installs underwater particle removal apparatus (9) which is a GAF filter bag PE-1P2S

粒子除去装置(9)を設置し、この装置(9)を経由したイオン交換水の導入口(8)、処理槽上部の原料チップ供給口(1)、処理槽の処理水上限レベルに位置するオーバーフロー排出口(2)、処理槽下部のポリエステルチップと処理水の混合物の排出口(3)、オーバーフロー排出口から排出された処理水と、処理槽下部の排出口から排出されたポリエステルチップの水分離装置(4)を経由した処理水が、濾材が紙製の $30\mu\text{m}$ のベルト式フィルターである濾過装置(5)を経由して再び水処理槽へ送る配管(6)、これらのファイン除去済み処理水の導入口(7)およびファイン除去済み処理水中のアセトアルデヒドやグリコール等を吸着処理させる吸着塔(10)を備えた内容量320リットルの塔型の、図1に示す処理槽を使用してポリエチレンテレフタレート(以下、PET と略称)チップを水処理した。

固相重合後のポリエステルチップを篩分工程を通過させて得た、ファイン含量が約180ppmであり、極限粘度が0.74 デシリットル/グラム、密度が1.399g/cm³、環状3量体含量が0.31重量%であるPETチップを処理水温度95 deg Cにコントロールされた水処理槽へ50kg/時間の速度で処理槽の上部(1)から連続投入を開始した。

投入開始から5時間経過後に、PETチップの水処理槽への投入を続けたまま水処理槽の下部(3)からPETチップを50kg/時間の速度で処理水ごと拔出しを開始し、水分離装置(4)で処理水を分離し、引き続き水洗処理装置(11)でイオン交換水による水洗処理を行うと共に、水分離装置(4)を経由した処理水および水洗処理装置(11)からの洗浄水を濾過装置(5)を経由して再び水処理槽に戻して繰り返し使用を開始した。

100時間連続運転後のPETのファイン含量は約18ppmであった。

上記のPETチップを減圧乾燥し、名機製作所製M-100射出成形機によりボトルの予備成形体を成形した。

射出成形温度は295 deg Cとした。

次にこの予備成形体の口栓部を、近赤外線ヒーター方式の自家製口栓部結晶化装置で加熱して口栓部を結晶化した。

次にこの予備成形体をCOPOPLAST社製のLB-01E成形機で縦方法に約2.5倍、周方向に約5倍の倍率に二軸延伸ブローし、容量が

(polyester felt, filter precision 1 ; μm) of ISP supplied, goes by way of this equipment (9) (8), starting material chip supply port of treatment tank upper part (1), overflow outlet which is position of treated water upper limit level of treatment tank (2), polyester chip of treatment tank bottom and outlet of blend of treated water (3), treated water which is discharged from overflow outlet and, treated water which goes by way of water separation device (4) of polyester chip which is discharged from outlet of treatment tank bottom, pipe which again is sent to water treatment tank via filtration apparatus (5) where filter material is belt type filter of $30\mu\text{m}$ of paper (6), inlet of these fine removal being completed treated water (7) and using treatment tank which is shown, in Figure 1 of column type of capacity 320 liter which has adsorption column (10) which acetaldehyde in fine removal being completed treated water and glycol etc adsorption is done water treatment it did polyethylene terephthalate (Below, PET and abbreviation) chip.

Passing sieve classification step, it acquired polyester chip after solid phase polymerization, fine content being approximately 180 ppm, intrinsic viscosity 0.74 deciliter/gram, density PET chip where 1.399 g/cm³ <SP>3</SP>, cyclic trimer content are 0.31 weight% to water treatment tank which is controlled to treated water temperature 95 deg C with velocity of 50 kg/hr started continual throwing from upper part (1) of treatment tank.

As from start of throwing 5 hours lapses later, while throwing to the water treatment tank of PET chip is continued from bottom (3) of water treatment tank PET chip every treated water it starts extract with velocity of 50 kg/hr, separates treated water with water separation device (4), with water washing device (11) does water washing continuously with deionized water, Resetting again wash water from treated water and water washing device (11) which goes by way of water separation device (4) to water treatment tank via filtration apparatus (5), it started repetitive use.

fine content of PET of 100 hour continuous operation later was approximately 18 ppm.

reduced pressure drying it did above-mentioned PET chip, premolded article of bottle it formed Meiki Co. Ltd. (DB 69-073-1195) make with M-100 injection molding machine.

injection molding temperature made 295 deg C.

Heating mouth part of this premolded article, next with homemade mouth part crystallization equipment of near infrared radiation heater system, crystallization it did mouth part.

This premolded article with LB-01E molding machine of COPOPLAST supplied in vertical method in approximately 2.5 times, circumferential direction biaxial drawing blowing

2000cc の容器を成形した。

延伸温度は 100 deg C にコントロールした。

得られた容器のヘイズは 0.8% で優れた透明性を示す。

【0070】

(比較例 1)

実施例 1 と同じ PET チップを水洗処理工程(11) を通過させずに処理する以外は、実施例 1 と同様の方法で水処理した。

得られた PET チップのファイン含量は約 150ppm で、実施例 1 と同一方法で得た容器のヘイズは 9.1% と非常に悪かった。

【0071】

【発明の効果】

本発明は、ポリエステルチップ及び処理水を処理槽に供給してポリエステルチップを水処理するポリエステルの製造方法であって、処理槽から処理水と共に排出するポリエステルチップから該処理水を分離処理し、引き続き水洗処理を行ってポリエステルのファイン含量を 100ppm 以下に低下させることにより、ボトルの透明性や口部結晶化が良好となるポリエステルが得られる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明のポリエステルの製造方法に用いる装置の概略図。

【符号の説明】

1

原料チップ供給口

10

吸着塔

11

水洗処理装置

2

オーバーフロー排出口

3

ポリエステルチップと処理水との排出口

was done next in magnification of approximately 5 times, volume formed container of 2000 cc.

It controlled drawing temperature in 100 deg C.

haze of container which it acquires shows transparency which is superior in 0.8%.

[0070]

(Comparative Example 1)

As Working Example 1 other than without passing water washing process (11), treating same PET chip, water treatment it did with method which is similar to Working Example 1.

As for fine content of PET chip which it acquires with approximately 150 ppm, as Working Example 1 as for haze of container which is acquired with same method 9.1% it was very bad.

[0071]

[Effects of the Invention]

In supplying polyester chip and treated water to treatment tank, with manufacturing method of polyester which polyester chip water treatment is done, from treatment tank with the treated water said treated water separation doing this invention, from polyester chip which is discharged, doing water washing continuously and fine content of polyester decreasing to 100 ppm or less depending, polyester where transparency and opening crystallization of bottle becomes satisfactory is acquired.

[Brief Explanation of the Drawing(s)]

[Figure 1]

conceptual diagram. of equipment which is used for manufacturing method of polyester of the this invention

[Explanation of Symbols in Drawings]

1

starting material chip supply port

10

adsorption column

11

water washing device

2

overflow outlet

3

outlet of polyester chip and treated water

4	4
水切り装置	water cutting apparatus
5	5
ファイン除去装置	fine removal apparatus
6	6
配管	pipe
7	7
処理水導入口	treated water inlet
8	8
イオン交換水導入口	deionized water inlet
9	9
粒子除去装置	particle removal apparatus

Drawings

【図1】

[Figure 1]

